

## JP1087146

Publication Title:

DISPERSANT FOR POLISHING AGENT

Abstract:

**PURPOSE:**To provide stationary stability and excellent redispersibility for a long time, by a method wherein, in a polishing agent for industrial use used especially for a high speed and precision polishing, a dispersant consisting of polystyrene sulfonic acid or salt thereof is blended.

**CONSTITUTION:**Approximate 0.01-5wt.% preferably approximate 0.05-3wt.% polystyrene sulfonic acid or salt thereof, serving as a dispersant, is added in a suspension of a polishing agent, e.g., cerium oxide, zirconium oxide, diamond powder, alumina, and water. A molecular amount of 3,000-1,000,000, preferably 5,000-500,000, is used as polystyrene sulfonic acid or salt thereof, and sodium, calcium, etc., are used as a counter ion in salt. This constitution enables provision of stationary stability in high concentration of a polishing agent suspension for a long time, and provision of excellent redispersability, improvement of polishing characteristics, e.g., improvement of a polishing speed, reduction of surface damage, and improvement of working efficiency.

-----

Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-87146

⑬ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月31日

B 24 B 37/00  
C 08 F 12/30  
C 08 L 25/04  
C 09 K 3/14

M J Y  
L E J

H-7712-3C  
7445-4J  
7445-4J  
X-6683-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 研磨剤用分散剤

⑯ 特 願 昭62-238543

⑰ 出 願 昭62(1987)9月22日

⑱ 発 明 者 小 沢 利 之 神奈川県茅ヶ崎市下町屋3-1-30-204  
⑲ 出 願 人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号  
⑳ 代 理 人 弁理士 臼村 文男 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

研磨剤用分散剤

2. 特許請求の範囲

1. ポリスチレンスルホン酸またはその塩からなることを特徴とする研磨剤用分散剤。

3. 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は、研磨剤、特に高速、精密研磨に用いられる工業用研磨剤に好適な分散剤に関する。

従来技術

シリコンウェーハ、ハードディスク、石英基板、水晶振動子などの電子材料の研削加工、表面仕上げや、その他硝子、セラミックスあるいは金属材料の研削加工、表面仕上げに研磨剤が汎く用いられている。

例えば、硝子用研磨剤としては、軟質の硝子素材には酸化セリウムが、硬質の硝子素材には酸化セリウムおよび酸化ジルコニウムが主に用いられ、一般に粒子径1 $\mu$ m前後の研磨剤を単

に水と混合するだけで使用している。

研磨剤に要求される三大要素は、高研磨速度、低ダメージ、低コストであるが、近年の光学機器、電子機器の技術的進歩に伴ない、硝子素材の需要も増大し、より迅速な研磨、より精密な仕上げの要望が高まっている。即ち、三大要素のうち前二者の技術的向上が重要な課題としてクローズアップされてきており、これら要求に答える研磨システムの開発がまたれている。また、研磨剤が水とのサスペンション系として用いられることから、静置安定性、再分散性が要求される。

シリコンウェーハ、ハードディスク、石英基板、水晶振動子といった電子材料用のラッピング剤としては主にアルミナ、アルミナと珪酸ジルコニウム等の混合物、炭化ケイ素などが約10~40%の濃度で使用されている。ラッピング剤の粒子径は対象とする素材により異なるが、例えばシリコンウェーハでは5~20 $\mu$ mのアルミナ系ラッピング剤が用いられ、水晶振動子で

は10~30 $\mu\text{m}$ の炭化珪素が用いられる。このようにラッピング剤はポリシング剤に比べて粒子径が大きく、しかも大きな密度の粒子であるため沈降、沈澱が起こりやすく、作業性および面仕上げの点から問題となっている。さらに、現行のこれらのラッピング剤は高い研磨効率を確保するために粒度分布がシャープでありその沈澱物は密な沈澱構造をとりやすい。このため、硬い沈澱物を形成しやすく、再分散、廃液処理等の作業性に悪影響を及ぼすばかりか、再分散が不十分な場合には被研磨物質の表面にキズの発生をも引き起こす。

研磨剤に分散剤を配合することは、例えば特公昭43-21358号公報に、高分子型分散剤を配合して素材との“なじみ”を改良し、研磨後の仕上り、作業効果を改善することが提案されている。

また、希土類酸化物等の研磨剤にアルカリ金属またはアルカリ土類金属を添加し、分散性の改良、表面仕上げの改善を行なうことが提案さ

えばポリスチレンを常法により、硫酸、無水硫酸等のスルホン化剤で直接スルホン化した後、未反応のポリスチレンを分別することにより、あるいはその後に水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ剤で中和することにより得られる。

研磨剤と水との懸濁液に本発明のポリスチレンスルホン酸またはその塩を添加することにより、研磨剤組成物が得られる。ポリスチレンスルホン酸またはその塩は、研磨剤組成物中に0.01~5重量%、好ましくは0.05~3重量%添加するのが好適である。

研磨剤としては、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化スズ、酸化クロム、酸化鉄、ダイヤモンド粉末、アルミナ、炭化珪素、酸化チタン、二酸化珪素、珪酸ジルコニウム、珪酸アルミニウム、窒化ホウ素および窒化珪素から選ばれる1種または2種以上の研磨剤が好適である。研磨剤の水サスペンション中の濃度は、その研磨対象や仕様によって適宜決定される。

れている(特開昭50-13405号公報)。

#### 発明の目的

本発明は、研磨剤の水懸濁液に添加したときに、静置安定性および再分散性に優れるとともに、迅速な研磨、精密な面仕上げを実現する研磨剤用の分散剤を提供するものである。

#### 発明の構成

本発明の研磨剤用分散剤は、ポリスチレンスルホン酸塩またはその塩からなることを特徴とする。

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

ポリスチレンスルホン酸またはその塩としては、分子量3,000~100万のものが好適であり、特に5,000~50万が好ましい。塩における対イオンとしては、ナトリウム、カリウム、アンモニウム、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等が好適であり、カルシウム、マグネシウム等を用いることもできる。

ポリスチレンスルホン酸またはその塩は、例

#### 発明の効果

本発明によれば、研磨剤を水懸濁液にして研磨するに際し、この分散剤としてポリスチレンスルホン酸またはその塩を添加することにより、研磨剤懸濁液の高濃度での長期間にわたる静置安定性が得られるとともに、良好な再分散性を示す。しかも、研磨速度の向上および表面ダメージの低下など研磨特性に優れ、作業性ならびに面仕上げの両面に優れた特性を示す。

本発明の研磨剤用分散剤を用いる研磨方法は、上記のような優れた特性を有し、特にシリコンウェーハ、ハードディスク、石英基板、水晶振動子などの電子材料用、あるいはその他の硝子用、セラミックス用、金属用の研磨に好適である。

#### 実施例1

オスカー型平面研磨機(馬淵商店製OH-200)を使用して、不二見研磨剤工業のF0#1200(アルミナ質研磨剤)で10分間ラッピングを行ない、表面粗さや形状を均一化した100 $\text{mm}\phi$ 、厚さ約30 $\text{mm}$

の円板状硝子素材(SK-16)を得た。

この硝子素材を、代表的な硝子用研磨剤であるCeO<sub>2</sub>を以下の表-1に示す組成物として用い、30分間ポリッシングしたときの、研削量およびキラ傷の発生について評価した。

研削量は厚み計によりポリッシング前後の厚みを測定し、キラ傷は64倍の実体顕微鏡で観察した。結果を表-1に示す。

表-1

組成No	研磨剤組成物		ポリッシング結果	
	ポリッシング剤	分散媒	研削量 (μm/30分)	キラ傷
A	10%酸化セリウム	水	5.6	悪い研磨条件で発生
B	10%酸化セリウム	0.1%PSS-Na <sup>※1</sup> 水溶液	7.0	同上条件でもなし
C	10%酸化セリウム	2%PSS-Na水溶液	6.8	同上条件でもなし
D	なし	2%PSS-Na水溶液	0.1以下	同上条件でもなし

※1) PSS-Na: ポリスチレンスルホン酸ナトリウム(M<sub>n</sub>=50,000)

PSS-Naのみを含む組成物には殆ど研削力がなく、一方、PSS-Naとポリッシング剤

の両方を含む組成BおよびCは、ポリッシング剤のみを含む組成Aよりも研削力が高いことから、ポリッシング剤にPSS-Naが併用されることにより相対的に研削力が改善されることが判る。

さらに、組成Aでキラ傷が発生するような研磨条件でも、組成BおよびCにはキラ傷が発生せず、より広い研磨条件を選ぶことが可能なことが判る。

これは、ポリスチレンスルホン酸塩の優れた粒子分散力により、ポリッシング剤であるCeO<sub>2</sub>の沈降、凝集を抑え、研磨に参与する有効なCeO<sub>2</sub>の量を増大し、かつ、有効な研磨の効率を向上させるためと考えられる。

組成BおよびCより、ポリスチレンスルホン酸ナトリウムの濃度は0.1~2%の間で研削量に変化がないことも判る。

実施例2

スピードファム社のラッピング装置(9B-5LP)を用いて、4インチφ、厚さ約500μmのシリコンウェハー(アズカット品)を、不二見研磨剤

工業のF0#1200で15分間ラッピングした場合の研削量と表面粗さを測定し、その結果を表-2に示した。

研削量の測定法は実施例1と同じである。

また、表面粗さは小坂研究所製の表面粗さ計(SP-11)を用いて測定し、その結果をコンピューターで計算して中心線平均粗さ(Ra: μm)として表示した。

(以下余白)

表-2

組成No	研磨剤組成物		ラッピング結果	
	ラッピング剤	分散媒	研削量(μm/min)	Ra(μm)
E	25%F0#1200	水	4.6	0.18
F	25%F0#1200	0.5%PSS-Na水溶液	5.2	0.16
G	なし	0.5%PSS-Na水溶液	0.1以下	0.50

組成 G はほとんど研削力が無く、組成 F は組成 E + 組成 G よりも研削量が高いことから、ポリスチレンスルホン酸塩を用いることにより相対効果的な研削力が得られることが判る。

組成 G による研磨後の表面粗さは、組成 G には殆ど研削力がないことから、アズカット品の表面粗さにほぼ等しい数値と思われる。

一方、組成 F は、組成 E に比べて高研削量であるにも拘らず、より平滑な表面に仕上げるといふ好ましい特性を示すことも判る。通常は、研削量が高いほど、荒い面仕上げとなる。

これらの結果は、ポリスチレンスルホン酸塩の優れた粒子分散力により、ラッピング剤である F0#1200 の沈降・凝集が抑えられ、研磨に關与する有効ラッピング剤量が増加するとともに、均一に分散された粒子により良好な面仕上げが達成されたことを意味する。

実施例 3

ポリスチレンスルホン酸塩の再分散性の向上効果を評価した。

目盛付摺合せフタ付き試験管に、下記表 - 3 に示す研磨剤を分散媒に分散させ、2 日後放置後の再分散の容易性を評価した。

再分散の容易性は、試験管を一定条件で振盪し、試験管底部に沈降した粒子が失くなるまでの振盪回数で表示した。

(以下余白)

表 - 3

組成 No	研磨剤組成物		再分散に要した振盪回数
	研 磨 剤	分 散 媒	
H	CeO <sub>2</sub> : 20 g	水 : 80 g	20 回
I	CeO <sub>2</sub> : 20 g	水 : 79 g PSS-Na : 1 g	3 回
J	F0#1200 : 20 g	水 : 80 g	100 回以上
K	F0#1200 : 20 g	水 : 79 g PSS-Na : 1 g	20 回

表 - 3 の結果から、ポリスチレンスルホン酸塩を含有する研磨剤組成物は、再分散が容易であり、研磨廃液の処理、研磨液調製後の放置時間に気を使う必要がない為、作業性の面で優れたものである。

実施例 4

以下の各処方の研磨剤組成物を調製した。これら組成物は研磨特性ならびに再分散性に優れていた。

① 組成 No : L

酸化ジルコニウム	5%
ポリスチレンスルホン酸 Na	0.05%
水	残 部
	100%

② 組成 No : M

炭化珪素	30%
ポリスチレンスルホン酸 Na	1%
水	残 部
	100%

③ 組成 No : N

ダイヤモンド粉末	10%
ポリスチレンスルホン酸 Na	0.5%
水	残 部
	100%

④ 組成 No : P

珪酸ジルコニウム	50%
ポリスチレンスルホン酸 Na	3%
水	残 部
	100%

⑤ 組成 No : Q

酸化チタン	10%
ポリスチレンスルホン酸 Na	0.5%
水	残 部
	100%

特許出願人 ライオン株式会社  
 代理人弁理士 白村 文 男 精外 1 名